

(11)Publication number:

2001-262247

(43) Date of publication of application: 26.09.2001

(51)Int.CI.

1/00 C22C C22C 1/02 1/02 // C22C 23/00 C22F 1/00

(21)Application number: 2000-073649

(71)Applicant : DOWA MINING CO LTD

(22)Date of filing:

16.03.2000

(72)Inventor: HIRATA AKITSUGU

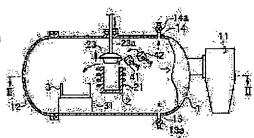
**SAGAWA TORU** 

## (54) METHOD FOR PRODUCING MAGNESIUM SERIES HYDROGEN STORAGE ALLOY

### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce a magnesium series hydrogen storage alloy small in the amount of magnesium to be evaporated, free from compositional deviation and having excellent capacity at a high yield.

SOLUTION: The inside of a high-frequency heating system crucible 2 is charged, as the raw material, with transition metal as the main components and, if required, the group 1 or 2 metal as addition metal, on the other hand, the inside of a ladle-shaped vessel 41 is charged with magnesium as the main components, further, if required, the inside of the ladle-shaped vessel 41 is charged with the group 1 or 2 metal to be added afterward, subsequently, the crucible 2 is heated to heat transition metal, or the like, as the raw material to a temperature not higher than the melting point thereof and also not lower than the melting point of magnesium, thereafter, magnesium, or the like, in the ladleshaped vessels 41 and 42bare charged and added thereto, they are held for a prescribed time and are brought into reaction with the raw material, and next, the molten metal is poured into a mold 3 and is cast to obtain the magnesium series hydrogen storage alloy.



## **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

14.01.2005

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

0005 /00 /10

(19)日本国特許庁(JP)

(51) Int.Cl.7

# (12) 公開特許公報(A)

FΙ

(11)特許出題公開番号 特開2001-262247 (P2001-262247A)

テーマコード(参考)

(43)公開日 平成13年9月26日(2001.9.26)

C 2 2 C	1/00			C 2	2 C	1/00		N	1	
	1/02	501				1/02		5012	:	
		503						503L		
C 2 2 F	1/02			C 2	2 F	1/02				
	1/06		•			1/06				
			<b>審查請求</b>	未請求	家簡	項の数7	OL	(全 6 頁	<b>夏終</b> 頁	に続く
(21)出顧番号		特顧2000-73649(P2000-73649)		(71)	(71)出顧人 000224798					
			•			同和館	業株式	会社		
(22)出顧日		平成12年3月16日(2000.3			東京都	5千代田	区丸の内1	丁目8番2月	7	
		•		(72)	発明者	平田	晃嗣			
						東京都	千代田	区丸の内一	-丁目8番2+	子 同
						和鉱業	会大科	<b>社内</b>		
				(72)	発明者	<b>佐川</b>	徾	•		
						東京都	千代田	区丸の内一	·丁目8番2f	身 同
						和鉱業	快式会	社内		
				(74)	代理人	10009	1362			
						弁理士	: 阿仁	屋 節雄	(外2名)	
									•	
•										

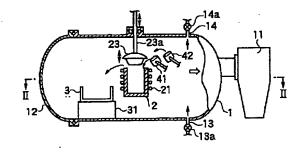
## (54) 【発明の名称】 マグネシウム系水素吸蔵合金の製造方法

識別記号

## (57)【要約】

【課題】 マグネシウムの蒸発量が少なく、組成ずれがなく、優れた性能を有するマグネシウム系水素吸蔵合金を歩留まりよく製造すること。

【解決手段】 高周波加熱方式のるつぼ2内に、原料として主成分たる遷移金属と必要に応じて添加金属たる 1、2族の金属とを仕込み、一方、ひしゃく状容器41内に主成分たるマグネシウムを仕込み、さらに、必要に応じてひしゃく状容器41内に後から添加する添加金属たる1、2族の金属を仕込み、しかるのち、るつぼ2を加熱して原料の遷移金属等をその融点以下でかつマグネシウムの融点以上の温度まで加熱した後に、ひしゃく状容器41、42のマグネシウム等を投入・添加し、所定時間保持して反応を行なわせ、ついで、溶湯を鋳型3に注いで鋳込むことにより、マグネシウム系水素吸蔵合金を得る。



# 【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも主成分となる遷移金属とマグ ネシウムとを加熱して反応させることによって、マグネ シウムと遷移金属とを主成分とするマグネシウム系水素 吸蔵合金を製造するマグネシウム系水素吸蔵合金の製造 方法において、

前記マグネシウムと遷移金属とを加熱して合金化する際 に、主成分の遷移金属をその融点以下でかつマグネシウ ムの融点以上の温度まで加熱した後に主成分のマグネシ ウムを添加して合金化することを特徴とするマグネシウ 10 ム系水素吸蔵合金の製造方法。

【請求項2】 前記遷移金属が、Ni、Cu、Fe、C r、Mn、Zn又はCoのいずれか1以上であることを 特徴とする請求項1に記載のマグネシウム系水素吸蔵合 金の製造方法。

【請求項3】 前記マグネシウムの添加温度が、650 ℃~1100℃であることを特徴とする請求項1又は2 に記載のマグネシウム系水素吸蔵合金の製造方法。

【請求項4】 前記マグネシウムと遷移金属との反応を 不活性ガス雰囲気下で行なわせることを特徴とする請求 20 項1~3のいずれかに記載のマグネシウム系水素吸蔵合 金の製造方法。

【請求項5】 原料として、主成分の遷移金属及びマグ ネシウムの外に、1族(1A族)、2族(2A族)の元 素のいずれか1以上を添加することを特徴とする請求項 1~4のいずれかに記載のマグネシウム系水素吸蔵合金 の製造方法。

【請求項6】 前記1族元素が、Li、Na又はKのい ずれか1以上であることを特徴とする請求項5に記載の マグネシウム系水素吸蔵合金の製造方法。

【請求項7】 前記2族元素が、Be、Ca、Sr又は Baのいずれか1以上であることを特徴とする請求項5 に記載のマグネシウム系水素吸蔵合金の製造方法。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、電池電極、水素貯 蔵、ヒートポンプを用いた熱利用システムあるいは水素 精製等に利用できるマグネシウム系水素吸蔵合金の製造 方法に関する。

#### [0002]

【従来の技術】マグネシウム系水素吸蔵合金の製造方法 としては、特開平6-306504号公報に記載の方法 が知られている。この公報記載の方法は、ハライド系フ ラックス介在下でマグネシウムを溶解し、合金化元素の 添加とともに追加フラックスを加えて溶解し、さらに鋳 造するときに六弗化硫黄ガスと炭酸ガスとの混合ガスを その反応雰囲気中に流すことにより、大気中で製造する ものである。

#### [0003]

来の方法は、フラックス添加により、マグネシウムの蒸 発及び酸化をある程度防止できるが、製造される合金中 にフラックス成分が溶け込んでしまうという問題があ る。フラックス等の不純物の混入は吸蔵量の低下や不活

7

性化等の原因となるおそれが高い。

【0004】一方、フラックスを用いずに、マグネシウ ムと遷移金属とを不活性ガス雰囲気中で同時に仕込み、 加熱融解した場合には、マグネシウムが蒸発する時間が 長くなってしまうので、マグネシウムの蒸発量が多くな ってしまい、組成ずれをおこしてしまう。

【0005】マグネシウムの蒸発時間を少なくするため に、遷移金属の溶解後にマグネシウムを添加することも 考えられる。しかし、一般に、遷移金属の融点は高い。 例えば、ニッケルの融点は1455℃である。との高い 温度になった時点でマグネシウムを添加して反応をさせ ると、マグネシウムの蒸発する時間は短くできるが、温 度が高いために逆にマグネシウムの蒸発量は多くなって しまう。

【0006】本発明は、上述の背景のもとでなされたも のであり、マグネシウムの蒸発量が少なく、組成ずれが なく、優れた性能を有するマグネシウム系水素吸蔵合金 を歩留まりよく製造することができるマグネシウム系水 素吸蔵合金の製造方法を提供することを目的とする。

### [0007]

【課題を解決するための手段】上述の課題を解決するた めの手段として、第1の手段は、少なくとも主成分とな る遷移金属とマグネシウムとを加熱して反応させること によって、マグネシウムと遷移金属とを主成分とするマ グネシウム系水素吸蔵合金を製造するマグネシウム系水 30 素吸蔵合金の製造方法において、前記マグネシウムと遷 移金属とを加熱して合金化する際に、主成分の遷移金属 をその融点以下でかつマグネシウムの融点以上の温度ま で加熱した後に主成分のマグネシウムを添加して合金化 することを特徴とするマグネシウム系水素吸蔵合金の製 造方法である。第2の手段は、前記遷移金属が、Ni、 Cu、Fe、Cr、Mn、Zn又はCoのいずれか1以 上であることを特徴とする第1の手段にかかるマグネシ ウム系水素吸蔵合金の製造方法である。第3の手段は、 前記マグネシウムの添加温度が、650℃~1100℃ 40 であることを特徴とする第1又は第2の手段にかかるマ グネシウム系水素吸蔵合金の製造方法である。第4の手 段は、前記マグネシウムと遷移金属との反応を不活性ガ ス雰囲気下で行なわせることを特徴とする第1~第3の いずれかの手段にかかるマグネシウム系水素吸蔵合金の 製造方法である。第5の手段は、原料として、主成分の 遷移金属及びマグネシウムの外に、1族(1A族)、2 族(2A族)の元素のいずれか1以上を添加することを 特徴とする第1~第4いずれかの手段にかかるマグネシ ウム系水素吸蔵合金の製造方法である。第6の手段は、 [発明が解決しようとする課題] しかしながら、上記従 50 前記1族元素が、Li、Na又はKのいずれか1以上で

あることを特徴とする第5の手段にかかるマグネシウム 系水素吸蔵合金の製造方法である。第6の手段は、前記 2族元素が、Be、Ca、Sr又はBaのいずれか1以 上であることを特徴とする第5の手段にかかるマグネシ ウム系水素吸蔵合金の製造方法である。

3

【0008】第1~第3の手段によれば、マグネシウム と遷移金属とを加熱して反応させる際に、主成分の遷移 金属をその融点以下でかつマグネシウムの融点以上の温 度まで加熱した後に主成分のマグネシウムを添加して反 応させるようにしたととにより、均一な組成を維持しつ 10 つ、マグネシウムの蒸発する温度を低く押さえ、かつ蒸 発時間を短くできるので、マグネシウムの蒸発量を少な くできる。このときの温度をマグネシウムの融点以上と するのは、それ以下であると、マグネシウムと遷移金属 との反応速度が遅く、組成も均一に制御しにくいためで ある。また、遷移金属の融点以下の温度にするのは、と の温度を原料の遷移金属の融点以上にすると、溶湯組成 は均一に制御しやすくなるが、マグネシウムの蒸気圧が 高くなって、マグネシウムの蒸発量が多くなってしまう からである。第2の手段によれば、比較的水素吸蔵能に 20 優れたマグネシウム系水素吸蔵合金が得られる。 第3の 手段によれば、マグネシウムの添加温度を、650°C~ 1100℃としたことにより、マグネシウムの蒸発を抑 えながらも均一な合金を得ることができる。第4の手段 によれば、マグネシウムと遷移金属との反応を不活性ガ ス雰囲気下で行なわせることにより、溶湯の酸化を防 ぎ、マグネシウムの蒸発も抑えることができる。第5の 手段によれば、電気陰性が低く水素との結合力が強いけ れども、マグネシウムよりも蒸気圧が高いために合金化 が困難な1族(1A族)、2族(2A族)の元素を含ん 30 だ合金を得ることができ、合金の特性を幅広く制御する ことができる。第6の手段によれば、Li、Na又はKi のいずれか1以上を添加することにより、得られる合金 の特性を容易に制御することができる。第7の手段によ れば、Be、Ca、Sr又はBaのいずれか1以上を添 加することにより、得られる合金の特性をより容易に制 御するととができる。

## [0009]

【発明の実施の形態】、図1は本発明の実施の形態にかか 空溶解炉の構成を示す縦部分断面、図2は本発明の実施 の形態にかかるマグネシウム系水素吸蔵合金を製造する 際に用いる真空溶解炉の構成を示す横部分断面である。 以下、これらの図面を参照にしながら実施の形態にかか るマグネシウム系水素吸蔵合金の製造方法を説明する。 【0010】図1に示されるように、真空溶解炉は、真 空チャンバー1と、この真空チャンバー1内に設けられ た高周波加熱方式のるつぼ2、鋳型3及びひしゃく状容 器41,42等で構成されている。

ための真空ポンプ11を有し、また、るつぼ2に原料を 供給したり、鋳型3から鋳込まれた水素吸蔵合金を取り 出したりするための開閉自在の扉12を有している。さ らに、Ar等の不活性ガスを導入できる不活性ガス導入 バイブ13及び不活性ガスフロー雰囲気を形成するため の気体排出パイプ14を有している。なお、これらパイ プには、パイプの導通を開閉できるコック13a,14

aがそれぞれ設けられている。

【0012】るつぼ2は、遷移金属とマグネシウムと を、あるいは必要に応じてとれらと1族、2族元素とを 反応させる加熱炉であり、カーボン(C)やMgOの焼 結体等で構成された上部に開口部を有する容器であり、 外周部には髙周波加熱するための誘導コイル21が設け られている。また、るつば2は、支持腕22に取りつけ られている。図2に示されるように、支持腕22は真空 チャンパー1の壁部を気密を維持しながら貫通して回転 自在に取付られている。とれにより、外部から支持腕2 2を回転操作するととにより、るつぼ2を回転して内部 の溶解物を鋳型3に注ぎ込むことができるようになって

【0013】さらに、るつぼ2の上部開口部は、必要に 応じて蓋体23によって密閉できるようになっている。 との蓋体23は、支持棒23aに取付られ、との支持棒 23aは、真空チャンパー1の壁部を気密を維持しなが ら貫通しつつ上下動自在に取付られている。これによ り、外部から支持棒23を上下操作することにより、蓋 体23を上下させてるつば2の上部開口部を密閉し、ま た密閉を解除できるようになっている。

【0014】鋳型3は、るつぼ2で溶解反応した合金を 鋳込んで所定の形状の水素吸蔵合金に形成するものであ り、銅(Cu)、カーボン(C)等で構成され、鋳型台 3 1 上に設置される。

【0015】ひしゃく状容器41及び42は、それぞれ 操作棒41a, 42aに取付られ、これら操作棒41 a, 42 a は真空チャンバー1 の壁部を気密を維持しな がら貫通して回転及び前後動自在に取付られている。と れにより、外部から操作棒41a, 42aを回転及び前 後操作することにより、ひしゃく状容器41、42に装 填されている原料をるつぼ2に投入できるようになって るマグネシウム系水素吸蔵合金を製造する際に用いる真 40 いる。なお、図示しないが、真空チャンバー 1 には、内 部を観察しながらるつぼ2やひしゃく状容器41、42 等を操作できるように、観察窓が設けられている。

> 【0016】上述の真空溶解炉用いて次のようにして製 造する。

#### (1)原料の準備

るつば2に主成分たる遷移金属、並びに、必要に応じて 添加金属を所定の仕込み量だけ装填する。また、ひしゃ く状容器41にマグネシウムを所定量装填する。 さら に、必要に応じて、ひしゃく状容器42に後から添加す 【0011】真空チャンバー1は、内部を真空排気する 50 る添加金属を所定量装填しておく。るつぼ2及び/又は

ひしゃく状容器42に添加金属を装填するのは、必要な 場合だけである。すなわち、製造する水素吸蔵合金の組 成が遷移金属とマグネシウムとのみでなるものである場 合には装填の必要がないことは勿論である。

【0017】遷移金属は、Ni、Cu、Fe、Cr、M n、Zn又はCoのいずれか1以上である。仕込み量 は、合金になったときに、予定した組成になるような量 であり、原料全体に対して、遷移金属が60 a t %以下 になる量とする。遷移金属を60 a t %以上にすると、 遷移金属の溶解に1100℃ (Mgの沸点)以上の温度 10 止し、かつ、その蒸発量を可能な限り少なくするためで が必要となり、Mgの蒸発量が著しく増加してしまうか らである。遷移金属の純度は、99.9%以上、形態 は、粒状、板状、インゴット状のいずれでもよい。

【0018】マグネシウムの仕込み量も、合金になった ときに、予定した組成になるような量であり、マグネシ ウムとそのほかの添加金属(1族、2族の元素)との合 計が、原料全体に対して、40~100at%になる量 とする。マグネシウムの純度は、99.9%、形態は、 粒状、板状、インゴット状のいずれでもよい。

【0019】るつぼ2又はひしゃく状容器42に装填す 20 る添加金属は、Cu、Fe、Cr、Co、Mn、Zn、 Li、Na、K、Be、Ca、Sr、Ba等の遷移金 属、1族、2族元素のいずれか1以上である。仕込み量 は、合金になったときに、予定した組成になるような量 であり、原料全体に対して、添加金属が0~30at% になる量とする。添加金属の純度は、99.9%、形態 は、粒状、板状、インゴット状のいずれでもよい。

【0020】(2) 真空溶解炉内の雰囲気の置換 上記原料の装填が終了したら、真空チャンバー1の扉1 って真空度が50Pa以下になるまで真空排気する。次 に、コック13aを開き、パイプ13を通じてAr、H e等の不活性ガスを真空チャンバー1内に導入する。真 空チャンバー1内が不活性ガスで満されて大気圧になっ たら、コック14aを開き、真空チャンバー1内を不活 性ガスフロー雰囲気にする。ガスフロー量は、雰囲気中 の酸素ガス濃度が50ppm以下に保持できる流量とす

## 【0021】(3)加熱反応

上記真空チャンパー1内の置換行なって不活性ガスフロ 40 状(3~10 $mm\phi$ )のものを用いた。 ー雰囲気にしたら、誘導コイル21に高周波電力を印加 し、るつぼ2内の原料を加熱して所定の昇温速度で設定 温度まで昇温する。設定温度は、マグネシウムの融点 (650℃)以上で、かつ、遷移金属の融点以下の温度 とする。設定温度になったら、ひしゃく状容器41のマ グネシウムと、必要に応じてひしゃく状容器42の添加 金属とをるつぼ2内に投入し、投入後、できるだけ速や かに蓋体23でるつぼ2を密閉状態にする。そして、そ の温度で所定の保持時間だけ保持し、反応を行なわせ る。

【0022】このときの温度をマグネシウムの融点以上 とするのは、それ以下であると、マグネシウムと遷移金 属との反応速度が遅く、組成も均一に制御しにくいため である。また、遷移金属の融点以下の温度にするのは、 この温度を原料の遷移金属の融点以上にすると、溶湯組 成は均一に制御しやすくなるが、マグネシウムの蒸気圧 が高くなって、マグネシウムの蒸発量が多くなってしま うからである。また、蓋体23でるつぼ2を密閉するの は、マグネシウムがるつぼ23の外に拡散することを防

【0023】昇温の好ましい設定温度は、Mg量が80 a t %以上の場合には、650℃~800℃の範囲とす る。との場合には800℃以下でもマグネシウムの融点 である650℃以上であれば溶解が可能であり、一方、 800℃以上ではMgの蒸発量が著しく増加してしまう からである。また、Mg量が60~80at%の場合に は、900~1000℃とする。900℃以下では遷移 金属が完全に溶解せず、1000°C以上ではMgの蒸発 量が増加してしまうからである。Mg量が40~60a t%の場合には、1000~1100℃とする。この場 合は遷移金属の溶解に1000℃以上が必要となるから である。

【0024】また、上記設定温度での保持時間(反応時 間)は、短かければ短かい程Mg蒸発量を押さえる点で は有利であるが、短かすぎると、Mgが完全に溶解しな いので、5~20分の範囲とする。

【0025】(4)鋳込み

上記所定の保持時間が過ぎたら、支持腕22を操作して 2を閉め、真空チャンバー1内部を真空ポンプ11によ 30 るつぼ2を回転・傾斜させ、るつぼ2内の溶解物を鋳型 3に流し込み、鋳造を行なう。鋳塊の温度が100℃以 下になったのを確認してガスフローを終了し、扉12を 開け、鋳型3内の合金を取り出す。

> 【0026】以下、上述の製造方法で実際に水素吸蔵合 金を製造した例を実施例として以下に掲げる。

> (実施例1) Mg, Niの合金組成となるように、Mg とNiとの仕込み量が原子比で2:1となるように、N iを54.7g、Mgを45.3g、それぞれ準備す る。原料のMgとNiとは、純度99.9%以上で、粒

> 【0027】次に、Ni54、flgをカーボン製のるつ ぼ2内に装填した。また、ひしゃく状容器41内にMg 45.3gを装填した。

> 【0028】次に、扉12を閉めて、真空ポンプ11に よって真空チャンパー1内を50Paまで排気した。次 に、真空チャンバー1にArガスを大気圧になるまで導 入し、真空チャンバー1内をArガス雰囲気とした。ジ ルコニア系酸素濃度計により真空チャンバー1内の酸素 濃度を測定したところ、酸素濃度は44ppmであっ

50 た。

7

【0029】次に、真空チャンバー1内がAェガスで満 されて大気圧になったら、コック14aを開き、真空チ ャンバー1内を不活性ガスフロー雰囲気にする。ガスフ ロー量は2リットル/minの流速でArガスのフロー を続けた。

【0030】次に、るつぼ内2に装填したNi原料の加 熱を開始し、昇温速度40℃/minで920℃まで昇 温した。昇温後、ひしゃく状容器41に装填していたM gを、加熱されたNiの入ったるつぼ2内に添加して1 分以内にるつぼ2に蓋体23をしてるつぼ2を密閉し

【0031】Mgの添加後、920℃で5分間保持し、 溶湯をカーボン製の鋳型3に注ぎ込み、鋳造した。 鋳塊 の温度が100°C以下になったのを確認してArガスの フローを終了し、扉12を開け、鋳型内の合金を取り出 した。

【0032】得られた合金の組成及びMg蒸発率は、以 下の結果となり、不純物の混入及び酸化を抑え、目的組 成の合金となっていた。

Mg蒸発率: 0.07wt%(仕込み量に対して) 合金組成: Mg; 66. 9at%、Ni; 33. lat

不純物量:酸素(O);20ppm、炭素(C);0. 075wt%

また、この合金は、350℃、3MP a 水素圧で、3. 2 w t %の水素を吸蔵し、十分な水素吸蔵能を有してい ることが確認できた。

【0033】(実施例2~9)次に、上述の製造方法で 実際に水素吸蔵合金を製造した他の例を実施例2~9と して掲げる。これらの実施例は、基本的工程は実施例 1 と同じであるので、その説明は省略し、主に実施例1と 異なる点をまとめて図3の表に示した。なお、実施例2 ~3は、主成分であるNiとMg以外には、添加金属を 用いない例であり、実施例4、5、8は、添加金属とし てそれぞれCo、Mn及びCoをNiと一緒に仕込んだ 例であり、実施例6は、添加金属としての2nをマグネ シウム投入の際に同時に添加した例であり、実施例7 は、添加金属としてのLiをマグネシウム投入後に添加 した例であり、実施例9は、添加金属としてのCaをマ グネシウム投入の際に同時に添加した例である。すべて 40 の実施例において得られた水素吸蔵合金は優れた水素吸 蔵能を有し、かつ、Mg蒸発量も極めて少ないことが分

【0034】(比較例)実施例と同様にMg,Niの合 金組成となるように、MgとNiとの仕込み量が原子比 で2:1となるように、それぞれの原料を準備する。原 料のMgとNiとは、同様に純度99、9%以上で、粒

状(3~10mmø)のものを用いた。

[0035]次に、Ni54.7g、Mg45.3g及 びハライド系フラックス5gをカーボン製のるつぼ2に 装填した。加熱を開始し、途中、ハライド系フラックス を追加添加しながら20℃/minの昇温速度で965 \*Cまで昇温した。昇温後、溶湯をカーボン製の鋳型に注 ぎ込み、鋳造した。得られた合金は、350℃、3MP a水素圧で、1.9wt%の水素しか吸蔵せず、水素吸 蔵能は不十分なものであった。また、得られた合金の組 10 成 (元素分析結果) やMg蒸発量は以下の通りであり、 Mg蒸発量も多く、不純物も多いものであった。

合金組成: Mg; 63. Oat%、Ni; 37. Oat

Mg蒸発率:16wt%(仕込み量に対して)

#### 不純物量:

O; 1. 0wt%

C1;約10wt%

K:320ppm

Na;94ppm

20 【0036】なお、上述の実施例においては、遷移金属 とマグネシウム等との反応を真空溶解炉を用いて行なう 例を示したが、これは、真空溶解炉の代わりに雰囲気を 制御できる炉であればどのようなものを用いてもよい。 また、マグネシウム等を投入したり、添加金属を投入す る手段として、ひしゃく状容器を用いたが、これも、原 料を投入できるものであれば、どのようなものであって もよい。

[0037]

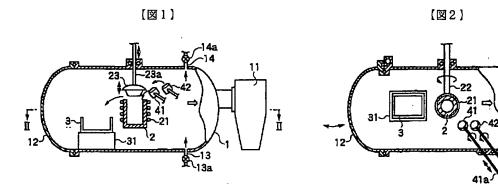
【発明の効果】以上詳述したように、本発明は、マグネ 30 シウムと遷移金属とを主成分とするマグネシウム系水素 吸蔵合金の製造方法において、原料の遷移金属をその融 点以下でかつマグネシウムの融点以上の温度まで加熱し た後に原料のマグネシウムを添加することを特徴とする もので、マグネシウムの蒸発量が少なく、組成ずれがな く、優れた性能を有するマグネシウム系水素吸蔵合金を **歩留まりよく製造することを可能にしているものであ** る。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施の形態にかかるマグネシウム系水 素吸蔵合金を製造する際に用いる真空溶解炉の構成を示 す縦部分断面である。

【図2】本発明の実施の形態にかかるマグネシウム系水 素吸蔵合金を製造する際に用いる真空溶解炉の構成を示 す横部分断面である。

【図3】実施例2~8の基本条件及び得られた水素吸蔵 合金の組成等を表にして掲げた図である。



【図3】

实施例	仕込組成[at%]				数步温度	保持時間	<b>巻入れ元素</b>	使用	<b>跨埠組成(分析值)[at%]</b>				水素吸配量
	Mg	Ni	承加	金属	[2]	[3]	(坂番)	ルツボ	Mg	Ni	交加	金属	[wt%]
2	66.7	33.3			1007	20	Mg	С	66.8	33.2			3.2
3	66.7	33.3			910	5	Mg	MgD	56.1	33.9			3.3
4	66.7	30.0	Co	3.3	900	5	Mg	MgO	67.3	29.4	Ço	3.3	3.2
5	66.7	30.0	Mn	3.3	909	5	Mg	MgO	67.0	29.7	Mn	3.3	3.4
6	90.0	33.3	Zn	6.7	907	5	Mg, Zn国時	MgO	60.8	32.9	Zn	6.5	2.4
7	60.0	93.3	U	6.7	907	5	Mg→Li	MgO	60.4	33.9	Ш	5.8	3.0
8	75.0	22.5	င	2.5	907	5	Mg	MgO	74.3	23.0	Co	2.7	4.1
9	60.0	33.3	Ca	6.7	911	5	Mg Ca同時	MgO	63.4	30.8	Ca	5.8	3.4

## フロントページの続き

(\$1)Int.Cl.'	識別記号	FΙ	テーマコード(参考)
// C 2 2 C 23/00		C 2 2 C 23/00	
C22F 1/00	661	C22F 1/00	661C
	681		681